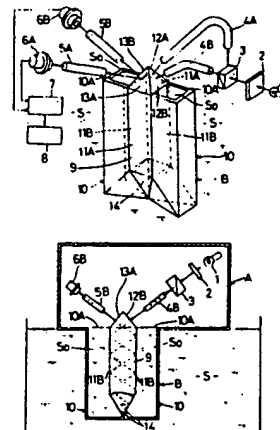


JA 0037552  
FEB 1991**(54) METHOD AND APPARATUS FOR MULTIPLE-INNER-REFLECTION TYPE COMPONENT ANALYSIS**

(11) 3-37552 (A) (43) 18.2.1991 (19) JP  
(21) Appl. No. 64-171574 (22) 3.7.1989  
(71) KUBOTA CORP (72) MASAOKI TSUCHIMOTO(3)  
(51) Int. Cl.<sup>5</sup> G01N21/27

**PURPOSE:** To make it possible to measure a plurality of samples with one high refractive material by containing the samples in a container so that the samples are brought into contact tightly with a pair of facing surfaces, inserting the high refractive material into another sample, and bringing the samples into contact with the other pair of facing surfaces tightly.

**CONSTITUTION:** A light source 1 is lit, and only the light rays having the specified wavelength region are made to pass through an interference filter 2. The light rays are equally split through a half mirror 3. The light rays are sent in to light input surfaces 12A and 12B through light emitting fibers 4A and 4B, respectively, and inputted into a prism 9 which is manufactured with a high refractive material. The light rays are reflected with facing surfaces 11A, 11A, 11B and 11B internally in a multiple pattern. The light rays radiate downward. The light rays are totally reflected from a reflecting surface 14 and reflected internally in a multiple pattern again. The light rays radiate upward and are emitted from the light emitting surfaces 13A and 13B. The spectrums of the wavelengths inherent to the materials are absorbed with materials which are contained in a reference sample  $S_0$  and the material to be measured S which are in contact tightly when the reflections occur on the facing surfaces 11A, 11A, 11B and 11B. The outputs of photodetectors 6A and 6B are operated, and the components can be analyzed.



7: operating device, 8: display device

## ⑫ 公開特許公報(A) 平3-37552

⑤Int.Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬公開 平成3年(1991)2月18日

G 01 N 21/27

C

7458-2G

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全6頁)

⑭発明の名称 多重内部反射式の成分分析法及びその装置

⑯特 願 平1-171574

⑰出 願 平1(1989)7月3日

⑱発 明 者 土 本 正 明 兵庫県尼崎市浜1丁目1番1号 久保田鉄工株式会社技術  
開発研究所内⑱発 明 者 七 里 雅 隆 兵庫県尼崎市浜1丁目1番1号 久保田鉄工株式会社技術  
開発研究所内⑱発 明 者 鈴 木 良 治 兵庫県尼崎市浜1丁目1番1号 久保田鉄工株式会社技術  
開発研究所内⑱発 明 者 石 橋 仁 志 兵庫県尼崎市浜1丁目1番1号 久保田鉄工株式会社技術  
開発研究所内

⑲出 願 人 株 式 会 社 ク ボ タ 大阪府大阪市浪速区敷津東1丁目2番47号

⑳代 理 人 弁 理 士 北 村 修

## 明 細 書

## 1 発明の名称

多重内部反射式の成分分析法及びその装置

## 2 特許請求の範囲

1. 高屈折材(9)に平行に向き合う対向面(11A), (11A)を備えさせ、この対向面(11A), (11A)の外側に試料(S)を密着させるとともに、前記高屈折材(9)に入射されて前記対向面(11A), (11A)内側にて多重内部反射して前記高屈折材(9)から出射する光線を測定する多重内部反射式の成分分析法であって、前記高屈折材(9)に前記対向面(11A), (11A)とは別の第2対向面(11B), (11B)を備えさせ、この第2対向面(11B), (11B)に前記試料(S)とは別の第2試料(S<sub>0</sub>)を密着させるとともに、前記高屈折材(9)に前記光線とは別に入射されて前記第2対向面(11B), (11B)内側にて多重内部反射して前記高屈折材(9)から出射する第2光線を測定する多重内部反射式の成分分析法。
2. 高屈折材(9)に平行に向き合う2組以上の

対向面(11A), (11A), (11B), (11B)が備えられ、一つの組の対向面側には、この対向面(11B), (11B)に密着した状態で試料(S<sub>0</sub>)を收容するための容器(10)が設けられるとともに、前記高屈折材(9)に入射させて各組の対向面(11A), (11A), (11B), (11B)にて多重内部反射させる光線を発する発光手段(1)と、多重内部反射して前記高屈折材(9)から出射した前記光線を受光する受光手段(6)とが備えられ、前記高屈折材(9)、前記容器(10)、前記発光手段(1)、前記受光手段(6)のそれぞれが、1つのユニット状に組み付けられている多重内部反射式の成分分析装置。

## 3 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、高屈折材に平行に向き合う対向面を備えさせ、この対向面の外側に試料を密着させるとともに、前記高屈折材に入射されて前記対向面内側にて多重内部反射して前記高屈折材から出射する光線を測定する多重内部反射式の

・成分分析法及びその装置に関する。

〔従来の技術〕

先ず、多重内部反射式の成分分析法について簡単に説明する。

第8図に示すように、高屈折材(9)(一般にはプリズムが用いられる)に平行に向き合う対向面(11A), (11A)を形成し、この対向面(11A), (11A)に試料(S)を密着させる。そして、対向面(11A), (11A)の界面に全反射角で光線を入射させ、多重内部反射させて出射した反射スペクトルを測定する。高屈折材(9)に接する試料(S)に吸収がない場合、多重内部反射による出射光の光量ロス(減光)はないが、試料(S)に吸収がある場合、出射光に光量ロスを生ずる。光量ロスの程度は、試料(S)の吸収係数が大きいほど著しい。

従って、多重内部反射による反射率Rは、近似的には、反射回数をn、高屈折材(9)から吸収係数kを有する試料(S)へ入射する光の反射率を $R_k$ とすると

$$R = R_k^n$$

で表わせる。

一般に、試料(S)の吸収は、波長依存性がある為、波長 $\lambda$ による反射率を $R(\lambda)$ とすれば、上式は

$$R(\lambda) = \{R_k(\lambda)\}^n$$

となる。従って、波長を走査させ、この反射スペクトルから物質の成分を調べることができる。

そしてこの成分分析法により、試料中に含まれる含有物質の成分の割合を測定する場合は、第9図に示すように、光源から発せられる光線をハーフミラー(3)で等しく分光し、それぞれの光線を、基準となる試料( $S_0$ )が密着されている第1高屈折材(9A)と、測定対象の試料(S)が密着された第2高屈折材(9B)に入射させて多重内部反射させ、第1・第2高屈折材(9A), (9B)から出射した光線の差を演算する。こうすると、含有物質に吸収された分のスペクトルが得られ、含有物質を特定するとともにその成分割合を分析することができる。

3

〔発明が解決しようとする課題〕

かかる成分分析法で使用される高屈折材(9)は、第8図に示すように対向面(11A), (11A)を1組しか備えていないため、一度に1つの試料のスペクトルしか測定することができない。したがって、上記のように2つの試料のスペクトルを同時に測定して差をとり、成分分析を行おうとする場合には、第9図に示すように高価な高屈折材(9)が2個必要になってコスト高となる難点があった。

本発明は、1個の高屈折材で複数の試料を同時に測定できるようにすることで、このような難点を解消することを目的としている。

〔課題を解決するための手段〕

上記の目的を達成するために本発明の方法にあっては、前記高屈折材に前記対向面とは別の第2対向面を備えさせ、この第2対向面に前記試料とは別の第2試料を密着させるとともに、前記高屈折材に前記光線とは別に入射されて前記第2対向面内側にて多重内部反射して前記高

5

4

屈折材から出射する第2光線を測定する点を特徴としている。

また、本発明装置にあっては、高屈折材に平行に向き合う2組以上の対向面が備えられ、一つの組の対向面側には、この対向面に密着した状態で試料を収容するための容器が設けられるとともに、前記高屈折材に入射させて各組の対向面にて多重内部反射させる光線を発する発光手段と、多重内部反射して前記高屈折材から出射した前記光線を受光する受光手段とが備えられ、前記高屈折材、前記容器、前記発光手段、前記受光手段のそれぞれが、1つのユニット状に組み付けられている点を特徴としている。

〔作用〕

本発明の方法では、高屈折材に備えられた対向面に試料を密着させるとともに、この対向面とは別の第2対向面には第2試料を密着させる。そして前記高屈折材に入射した光線を対向面内側にて多重内部反射させ、高屈折材から出射した光線を測定するとともに、前記光線とは別の

6

第2光線を第2対せ、高屈折材から本発明の装置で1組の対向面に密を別な試料の中に試料が密着するよ段を発光させ、2にてそれぞれ多重ら出射して受光手〔発明の効果〕

本発明の方法に数の試料を同時にと比較して含有物っても安価に行うそれぞれの測定になるので、2倍較して精密な測定

本発明の装置にに挿入するだけで単に分析でき、し

(11B), (11B)を有その上端部は2つの出光面(13A), (13図参照)、下端射面(14)を有するた、前記容器(10)の全体を囲う状態(10)の上部には、当し、具体的にはを形成してあり、試料( $S_0$ )を収容し基準試料( $S_0$ )が密

次に、この成分の成分分析を行う

先ず、容器(10)れたら、開口(10)ないように注意し料(S)内に挿入し(11A)の全体に光源(1)を点灯して

、波長依存性がある(入)とすれば、  
  
させ、この反射ス  
べることができる。  
り、試料中に含ま  
測定する場合は、  
ら発せられる光線  
分光し、それぞれ  
が密着されてい  
対象の試料(S)が  
こ入射させて多重  
屈折材(9A),(9B)  
する。こうすると、  
ベクトルが得られ、  
その成分割合を分

測定する点を特

、高屈折材に平  
面が備えられ、一  
対向面に密着した  
装置が設けられる  
ことで各組の対  
向面を発する発光  
高屈折材から出  
る手段とが備えら  
れ、前記発光手段、  
一つのユニット状  
とされている。

に備えられた対  
向面に、この対向面  
試料を密着させる。  
光線を対向面内  
屈折材から出射し  
前記光線とは別の

第2光線を第2対向面内側にて多重内部反射させ、高屈折材から出射した第2光線を測定する。  
本発明の装置では、容器内に試料を収容して1組の対向面に密着させるとともに、高屈折材を別な試料の中に挿入して別の組の対向面にも試料が密着するようにする。そして次に発光手段を発光させ、2本以上の光線が各組の対向面にてそれぞれ多重内部反射した後、高屈折材から出射して受光手段で受光される。  
〔発明の効果〕  
本発明の方法によれば、1個の高屈折材で複数の試料を同時に測定できるので、基準の試料と比較して含有物質の成分を分析する場合であっても安価に行うことが可能になる。しかも、それぞれの測定に際して高屈折材の特性が同じになるので、2個の高屈折材を用いる場合に比較して精密な測定を行えるようになる。  
本発明の装置によれば、高屈折材を試料の中に挿入するだけで試料中の含有物質の成分を簡単に分析でき、しかもコンパクトで取扱いが容

(11B),(11B)を有した四角柱状に形成してあり、その上端部は2つの入光面(12A),(12B)と2つの出光面(13A),(13B)を有する四角錐状に(第3図参照)、下端部は鏡面処理された4つの反射面(14)を有する四角錐状に形成してある。また、前記容器(10)は、1組の対向面(11B),(11B)の全体を囲う状態で付設してある。この容器(10)の上部には、基準試料(S<sub>0</sub>)(第2試料に相当し、具体的には水)を入れるための開口(10a)を形成してあり、対向面側の側壁部分は、基準試料(S<sub>0</sub>)を収容した際に対向面(11B),(11B)に基準試料(S<sub>0</sub>)が密着するように取り除いてある。  
次に、この成分分析装置を用いて測定試料(S)の成分分析を行う方法を説明する。  
まず、容器(10)内に基準試料(S<sub>0</sub>)を満杯に入れたら、開口(10a)から測定試料(S)が浸入しないように注意しながら、検出部(B)を測定試料(S)内に挿入し、測定試料(S)が対向面(11A),(11A)の全体に密着するようにする。そして光源(1)を点灯して吸収スペクトルの測定を開始

易な成分分析装置を提供できるようになる。  
〔実施例〕

以下、本発明の実施例を図面に基づいて説明する。

第2図に示されているのは多重内部反射式の成分分析装置である。この成分分析装置は、各種の部品を内蔵した本体(A)の下部に検出部(B)を設けて、携帯可能にユニット化したもので、検出部(B)を液状の測定試料(S)内に投入して本体(A)でその分析を行えるようになっている。

第1図に示すように、前記本体(A)には、光源(1)、干渉フィルタ(2)、ハーフミラー(3)、2本の発光用ファイバ(4A),(4B)、2本の受光用ファイバ(5A),(5B)、2個の受光素子(6A),(6B)、演算装置(7)、表示装置(8)などを内蔵してある。

前記検出部(B)は、高屈折材料で製作したプリズム(9)と、このプリズム(9)に設けられた一対の容器(10)からなる。前記プリズム(9)は、平行に向かい合う2組の対向面(11A),(11A),

する。尚、基準試料(S<sub>0</sub>)は、含有している特定物質とその成分割合が既知の試料であり、これに対して測定試料(S)は、特定物質の成分割合が未知の試料である。

前記光源(1)が点灯して光線が発せられると、光線の特定波長領域だけが干渉フィルタ(2)を通過するとともに、ハーフミラー(3)によって等しく2つに分光される。こうして2本になった光線は2本の発光用ファイバ(4A),(4B)によってそれぞれの入光面(12A),(12B)へ送られてプリズム(9)へ入光する。

前記プリズム(9)へ入光した2本の光線は、各々の対向面(11A),(11A),(11B),(11B)にて多重内部反射しながら下方へ進み、そして反射面(14)にて全反射され、各々の対向面(11A),(11A),(11B),(11B)にて再び多重内部反射しながら上方へ進み、2つの出光面(13A),(13B)から出光する。しかして、対向面(11A),(11A),(11B),(11B)にて反射が行われる際には、密着している基準試料(S<sub>0</sub>)や測定試料(S)に含まれる特定

物質によって、物質固有の波長のスペクトルが吸収されることになる。

前記プリズム(9) から出光した光線は、2本の受光用ファイバ(5A),(5B)によってそれぞれの受光素子(6A),(6B)へ送られて電気信号に変換される。これらの電気信号は演算装置(7)へ送られて強度補正され、差を取って吸収スペクトルの分析がなされて表示装置(8)に表示される。この場合、基準試料( $S_0$ )との界面で反射して受光された光線の電気信号から波長と透過率との関係を示すと第4図のグラフとなり、測定試料(S)との界面で反射された光線の電気信号から波長と透過率との関係を示すと第5図のグラフとなり、更に、両者の電気信号の差から波長と透過率との関係を求めると第6図のグラフとなる。

したがって、第6図のグラフの波長と透過率を測定すれば、測定試料(S)が基準試料( $S_0$ )に比較して特定物質をどれだけの割合で含有しているかの判断をすることができるのである。

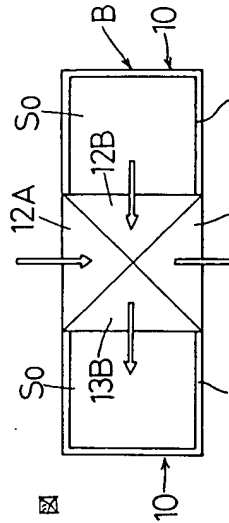
#### 〔別実施例〕

本発明を実施するに、第7図に示すように、プリズム(9)の下端部に水平面をカットして鏡面処理をすることで単一の反射面(14)を形成してもよい。

又、高屈折材(9)を六角柱状や八角柱状にして、3組以上の対向面を備えさせて、3種以上の試料を同時に測定するようにしてもよい。尚、特許請求の範囲の項に図面との対照を便利にするために符号を記すが、この記入により本発明は添付図面の構造に限定されるものではない。

#### 4 図面の簡単な説明

図面は本発明に係る多重内部反射式の成分分析法及びその装置の実施例を示し、第1図は検出部の斜視図、第2図は全体構成を示す図、第3図は検出部の平面図、第4図は基準試料の波長と透過率の関係を示すグラフ、第5図は測定試料の波長と透過率の関係を示すグラフ、第6図は基準試料との差をとった場合の測定試料の



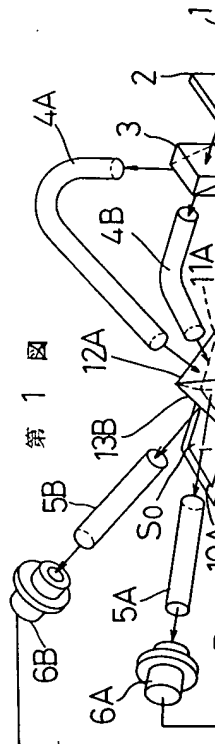
第3図

1 1

1 2

波長と吸光率の関係を示すグラフであり、第7図は反射面の改良例を示す側面図である。また、第8図は従来の高屈折材の側面図であり、第9図は従来の高屈折材で測定する際の使用例を示す概略図である。

( $S_0$ )……第2試料、(S)……測定試料、  
(1)……発光手段、(6)……受光手段、  
(9)……高屈折材、(10)……容器、(11A),  
(11A)……対向面、(11B),(11B)……第2  
対向面。



第1図

代理人 弁理士 北 村 修

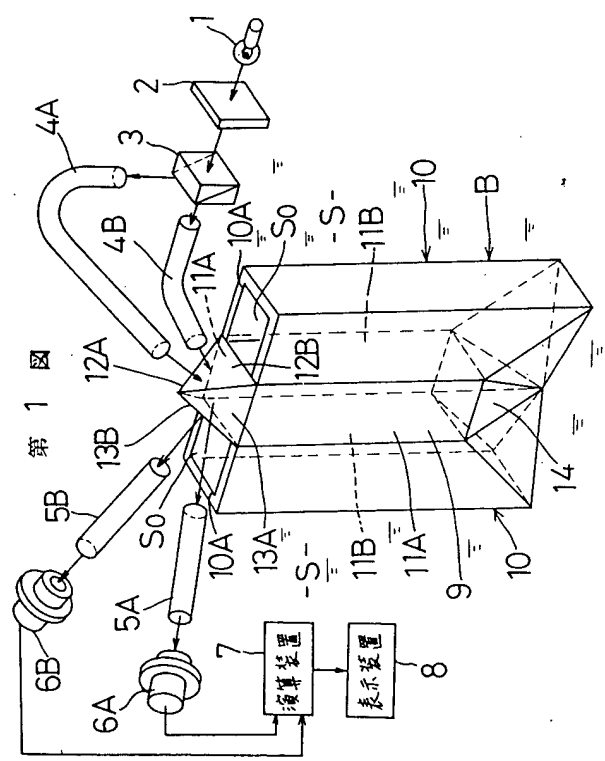
1 3

図に示すように、  
面をカットして鏡  
付面(14)を形成し

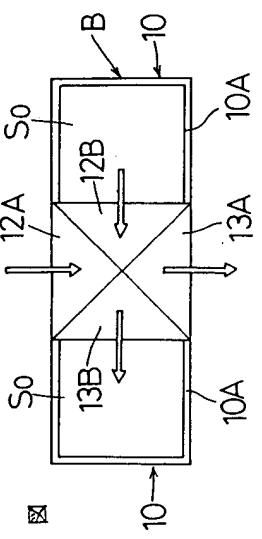
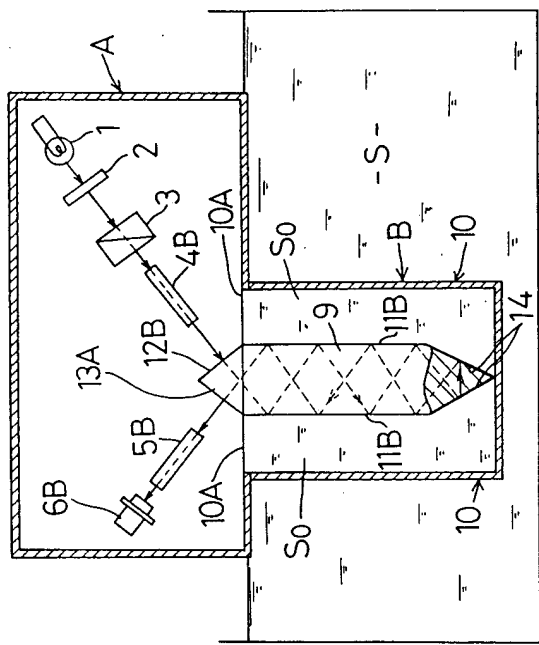
大や八角柱状にし  
させて、3種以上  
にしてもよい。

面との対照を便利  
この記入により本  
されるものではな

形反射式の成分分  
示し、第1図は検  
構成を示す図、第  
図は基準試料の波  
フ、第5図は測定  
示すグラフ、第6  
易合の測定試料の



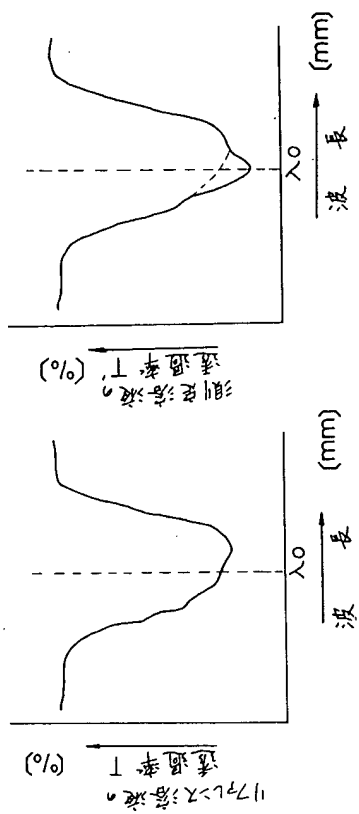
第 1 図



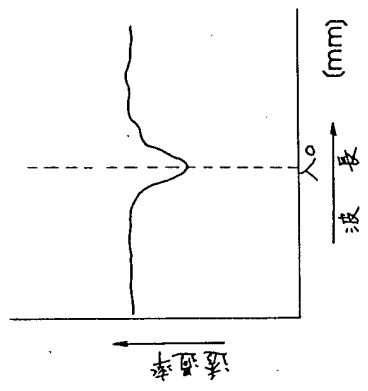
第 3 図

第 4 図

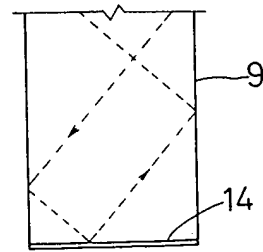
第 5 図



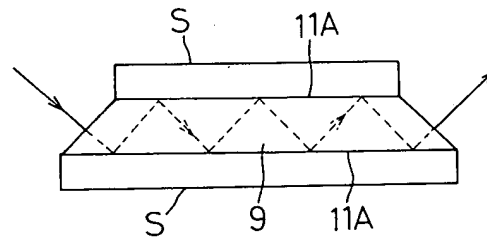
第 6 図



第 7 図



第 8 図



第 9 図

